

## PRODUCTION OF READILY DISPERSIBLE POWDERY PIGMENT

Patent Number: JP5320533  
Publication date: 1993-12-03  
Inventor(s): YAMAMOTO KYOICHI; others: 01  
Applicant(s): THE INK TEC KK  
Requested Patent: ☐ JP5320533  
Application Number: JP19920132546 19920525  
Priority Number(s):  
IPC Classification: C09C3/10  
EC Classification:  
Equivalents: JP3169682B2

### Abstract

**PURPOSE:** To obtain the subject pigment being prevented from coarsening by the secondary aggregation, excellent in fluidity and useful for ink, etc., by subjecting a pigment in a state of press cake to surface treatment under specified conditions and drying the treated pigment.

**CONSTITUTION:** A pigment such as phthalocyanine based pigment kept in press cake state is dispersed in a dispersing medium and then the resultant dispersion is brought into contact with a salt of high polymer dispersing agent such as sulfonic amide type agent or O/W emulsion to carry out surface treatment of the pigment particles in the dispersion and then the surface-treated material is dried to provide the objective pigment.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平5-320533

(43) 公開日 平成 5 年 (1993) 12 月 3 日

(51) Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 9 C 3/10	P B W	6904-4 J		
	P C B	6904-4 J		

審査請求 未請求 請求項の数 5 (全 5 頁)

(21) 出願番号	特願平4-132546	(71) 出願人	000183923 ザ・インクテック株式会社 神奈川県横浜市緑区青砥町450番地
(22) 出願日	平成 4 年 (1992) 5 月 25 日	(72) 発明者	山 本 恭 一 神奈川県横浜市緑区青砥町450番地 ザ・ インクテック株式会社内
		(72) 発明者	四 方 義 明 神奈川県横浜市緑区青砥町450番地 ザ・ インクテック株式会社内
		(74) 代理人	弁理士 佐藤 一雄 (外 3 名)

(54) 【発明の名称】 易分散性粉末顔料の製造方法

(57) 【要約】

【目的】 二次凝集による粗大化の防止が図られ分散性にすぐれた易分散性粉末顔料の製造方法を提供すること。

【構成】 プレスケーキ状態の顔料を分散媒中に分散させたのち、この分散液と高分子分散剤の塩またはO/Wエマルジョンとを接触させて分散液中の顔料粒子の表面処理を行い、次いでこの表面処理物を乾燥させて易分散性粉末顔料を得ることを特徴とする易分散性粉末顔料の製造方法。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 プレスケーキ状態の顔料を分散媒中に分散させたのち、この分散液と高分子分散剤の塩またはO/Wエマルジョンとを接触させて分散液中の顔料粒子の表面処理を行い、次いでこの表面処理物を乾燥させて易分散性粉末顔料を得ることを特徴とする、易分散性粉末顔料の製造方法。

【請求項2】 プレスケーキ状態の顔料の分散媒中への分散を界面活性剤の存在下において行う、請求項1に記載の方法。

【請求項3】 高分子分散剤が、スルホン酸アミド系高分子分散剤またはハイドロステアリン酸系高分子分散剤からなる、請求項1に記載の方法。

【請求項4】 高分子分散剤が、脂肪族アミン系またはε-カプロラクトン系高分子分散剤からなる、請求項1に記載の方法。

【請求項5】 分散媒が、水系分散媒または有機溶媒系分散媒からなる、請求項1に記載の方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 顔料粉末の製造方法に関し、特に乾燥顔料粉末の二次凝集による粗大化の防止が図られ分散性にすぐれた顔料粉末の製造方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 一般に、有機顔料や無機顔料はその製造時においては一次粒子もしくはそれに近い状態にあるが、乾燥工程を経て一定の時間が経過するに従って凝集する傾向がみられる。このような凝集顔料を用いてインキ組成物を製造する場合にあっては、あらかじめ凝集顔料を粉砕して一次粒子の状態に戻さなければならない。通常、乾燥工程を経て凝集した顔料は大きな分散シェアをかけなければならず、容易には微粒子に戻らない。

【0003】 このような顔料の好ましくない凝集の問題を解消するために、従来、顔料をトナー化、ペースト化、あるいはカラーチップ化する方法が行われている。しかしながら、トナーやペースト状態にする際において可塑剤が使用されるがこの可塑剤は塗膜の物性を低下させるという問題があり、一方、チップ化する方法においては、併用ビヒクルが制限されるという問題がある。

【0004】 一方、プレスケーキ状態の顔料は、一次粒子に近い状態にあるが、油性インキに用いるにはフラッシング（含水洗顔料中の水分を疎水性ビヒクルで置換）を行なう必要があり、使用ビヒクルで用途が限定されることから多品種となり、製品当りの生産量の少ない分野には適さない、という問題がある。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は上述した従来技術の問題点を鑑みてなされたものであって、顔料粉末の二次凝集による粗大化の防止が図られ分散性にすぐれ

た易分散性粉末顔料の製造方法を提供することを目的とするものである。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】 本発明による易分散性粉末顔料の製造方法は、プレスケーキ状態の顔料を分散媒中で一次粒子まで分散させたのち、この分散液と高分子分散剤の塩またはO/Wエマルジョンとを接触させて分散液中の顔料粒子の表面処理を行うことを特徴とするものである。次いでこの表面処理物を乾燥させる事により易分散性粉末顔料を得ることができる。

【0007】 本発明による方法によれば、顔料のプレスケーキを出発材料としているが、顔料合成時でも同様に処理できる事は勿論である。高分子分散剤のO/Wエマルジョンを接触させて顔料粒子表面に分散剤を効果的に吸着させるようにしたので、均一に処理が行へ、かつ吸着した分散剤の高分子鎖同志の反発により乾燥後の粉末顔料の凝集を防止することができる。

【0008】 本発明において、「プレスケーキ状態」とは、水浴中で合成した顔料を、水洗後濾布で絞り、ペースト状態にしたもので、適度な含水条件の顔料粒子はソフトな凝集体を呈しているが容易に半分散可能な状態にあることを意味する。プレスケーキは無機系、有機系のいずれでもよい。

【0009】 また、本発明においては、乾燥前のプレスケーキ状顔料を用いることによって、前工程での分散液の調製をいっそう容易に行うことができる。

【0010】 分散媒は、水系分散媒および有機溶媒系分散媒のいずれでもよいが、水、アセトン、メタノールなどが適宜使用され得る。

【0011】 分散液の調製に際しては、顔料の分散媒への湿潤分散性を高める上で、界面活性剤の存在下で行うことが好ましい。この場合の界面活性剤は、顔料粒子の表面を単分子膜で覆う濃度であることが好ましく、かつ、この濃度で十分に分散効果の得られる界面活性剤を用いる。具体的には、たとえば、エマノーンCH-80（花王社製、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油）、エマノーンCH-40（花王社製、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油）、レオドールTW-O120（花王社製、ポリオキシエチレンソルビタンモノオレエート）、レオドールTW-O106（花王社製、ポリオキシエチレンソルビタンモノオレエート）、エロゾールOT（三井サイアミッド社製、ジ-2-エチルヘキシルスルフォコハク酸Na塩）、ディスコールW-3120（第一工業製薬社製、多鎖型高分子量非イオン界面活性剤）、ディスコールW-3225（第一工業製薬社製、多鎖型高分子量非イオン界面活性剤）、ボイズ530（花王社製、特殊ポリカルボン酸型高分子界面活性剤）、デモールN（花王社製、β-ナフタレンスルホン酸ホルマリナ塩）などが好ましく用いられ得る。

【0012】 分散させる顔料の量としては、分散媒10

0重量部に対して、0.1～5重量部が適当であり、さらに好ましくは0.1～1重量部である。

【0013】次に、分散させた顔料と接触させる高分子分散剤について説明する。

【0014】エマルジョンは高分子分散剤のO/Wエマルジョンからなる。高分子分散剤としては、スルホン酸アミド系高分子分散剤、ハイドロステアリン酸系高分子分散剤、あるいは脂肪族アミン系、およびε-カプロラクトン系高分子分散剤などが好ましく用いられ得る。より具体的には、ソルスパス3000（ICI社製、スルホン酸アミド系高分子分散剤）、ソルスパス17000（ICI社製、ハイドロステアリン酸系高分子分散剤）、ソルスパーク24000（ICI社製、ε-カプロラクトン系高分子分散剤）、12-ヒドロキシステアリン酸多量体、デュオミンTDO（ライオンアクソ社製、牛脂ジアミンオレイン酸塩）が好ましく用いられ得る。これらは塩またはO/Wエマルジョンの形で分散液に添加する。その添加量は、顔料の表面を単分子膜で完全に被覆できる量であることが望ましい。具体的には、比表面積 $m^2$  当り1～10mgが好ましく、さらに好ましくは、比表面積 $m^2$  当り1～4mgである。フタロシアニン系、アゾ系の有機顔料を処理する際には、高分子分散剤の吸着を良くするためにフタロシアニン誘導体（ソルスパス5000）、ジスアゾイエロー中間体（ソルスパス22000）を併用することが好ましい。分散液と高\*

スルホン酸アミド系分散剤（ソルスパス17000、ICI）18部  
ノニオン系界面活性剤（エマルゲン120、HLB15、花王）4.5部  
フタロシアニン誘導体（ソルスパス5000、ICI）4.5部

上記配合比で各成分を50℃に加温した状態で混合した。次いで、50℃に加温した水77.5部をホモブレンダーで攪拌しながら上記混合物に添加し、これによって分散剤のO/Wエマルジョンを得た。

【0018】次に、水/IPA=7/3の混合溶液100部に対しエマノーンCH-80（HLB15ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、花王）0.1部を溶解し、分散媒とした。ZCA474顔料分39%プレスケーキ（シアニンブルー、大日精化）13部を分散媒87部中にKADYミル（高剪断型ディゾルバー）によって室温下で30分分散させた。これに上記分散剤エマルジョン1.5部を添加したのち、30分攪拌した。

【0019】このようにして得られた分散液を洗浄し、さらに乾燥を行ないシアニンブルーの粉末を得た。なお、上記分散工程は、KADYミルの他にホモミキサ一、ピーズミルを用いて行うこともできる。

※  
ハイドロステアリン酸系分散剤（ソルスパス3000、ICI）20部  
ノニオン系界面活性剤（エマルゲン120）5部  
フタロシアニン誘導体（ソルスパス5000、ICI）5部

上記配合比で各成分を50℃に加温した状態で混合した。

【0022】次に、50℃に加温した水75部をホモブ

\*分子分散剤との接触は、マイクロフルイダイザー（みずほ工業社製）などの高衝撃、高剪断力の分散機、超音波分散機、KADYミル（超音波工業製、「KINETICC Corp」）などを用いて行うこともできる。処理温度は室温でも加温状態でもよい。

【0015】上記のようにして表面処理が行われた顔料の乾燥は、低温度領域で行うことが好ましく、特に50℃以下の低温で行なうことが望ましい。

【0016】上述した方法によって得られた粉末顔料は、常法にしたがって使用することができ、二次凝集による粗大化が生じることがなく、分散性にすぐれた特性を有している。後述する実施例に示すように、本発明による方法によって得られた易分散性粉末顔料は、乾燥後の粉末顔料をTHF中にホモブレンダー（佐久間製作所製）で30分間分散を行なったところ、完全かつ均一に再分散され、プレスケーキの分散状態がほぼ再現された。また、この顔料を用いて従来の処方にしたがってインキ化したところ、従来の顔料を使用した場合に比べてより短時間の分散で良好なインキ組成物が得られることが確認された。したがって、本発明によって得られた顔料粉末は、分散機の種類によらず短時間の分散で微粒子分散が可能であり、かつ分散後の流動性が良いため高濃度のインキの製造に好適である。

【0017】

【実施例】実施例1

※【0020】この顔料5部をTHF95部中にホモブレンダーで分散させた。室温で30分分散させたのちの分散顔料の平均粒径を調べたところ、下記の通り、本発明の方法によって得られた顔料粉末は、水ペースト状顔料あるいは本発明による易分散化処理を行わない顔料と比較して分散性にすぐれていることがわかる。

【0021】

顔料	平均粒径
水ペースト	1.2 $\mu m$
未処理の乾燥品	2.0 $\mu m$
易分散化処理後の乾燥品	0.3 $\mu m$

40 以上の様に、本発明の方法によって得られた顔料は、短時間の分散で平均粒径、粒径分布共にすぐれたものとなる。

実施例2

レンダーで攪拌しながら混合物を添加して、O/Wエマルジョンを得た。

【0023】このようにして得られたエマルジョンを用

いて、実施例1と同様の方法で顔料の表面処理を行った。

#### \* 実施例3

\*

ε-カプロラクタン系分散剤(ソルスパース24000、ICI) 20部  
ノニオン系界面活性剤(エマルゲン120) 2部  
フタロシアニン誘導体(ソルスパース5000、ICI) 5部

上記配合比で各成分を80℃に加熱した状態で混合した。

※【0025】このようにして得られたエマルジョンを用いて、実施例1と同様の方法で顔料の表面処理を行った。

【0024】次に、80℃に加熱した水68部と1N酢酸10部をホモブレンダーで攪拌しながら混合物を添加して、O/Wエマルジョンを得た。

#### 実施例4

※10

牛脂ジアミノオレイン酸塩(デュオミンTDO、ライオンアクト) 100部  
氷酢酸 15部

以上の配合比で各成分を室温にてディゾルバーで攪拌し水溶性の塩を得た。

【0026】次いで、実施例1と同様にして顔料分散液を調製した。この分散液100部に対し、上記分散剤を0.5部添加し、30分攪拌した。さらにオレイン酸ナトリウム0.1部を添加して攪拌した。

【0027】洗浄、乾燥を行ないシアニンブルーの粉末を得た。

#### 実施例5

ZCA474・39%ブレスケーキ5部、エマノーンCH-80・0.05部をアセトン95部にKADYミルで30分間、室温で分散させた。

【0028】これに実施例4の分散剤を0.5部添加し30分攪拌した。

【0029】洗浄、乾燥を行ない、シアニンブルーの粉末を得た。

#### 実施例6

水/IPA=7/3の混合溶液100部に対してエロゾールOT(アニオン、ジ-2-エチルヘキシルスルホハク酸Na;三井サイアナミド)0.05部を溶解し、分散媒とした。

【0030】次いで、実施例1と同様の手順で処理を行った。

#### 実施例7

水/IPA=7/3の混合溶液100部に対してデモールN(カチオン、βナフタレン誘導体Na塩;花王)0.05部を溶解し、分散媒とした。

【0031】次いで、実施例1と同様の手順で処理を行った。

#### 実施例8

ZCA474ブレスケーキの代りにシアニングリーン5370顔料分4234%ブレスケーキ「大日精化」12部を、実施例1の手順に従い、分散媒88部に分散した。これを実施例1と同様に処理した処緑色の易分散性顔料を得た。

#### 実施例9

実施例1の分散剤のO/Wエマルジョンを、フタロシアニン誘導体(ソルスパース5000、ICI)をジスアゾエロー誘導体(ソルスパース22000、ICI)に代えた以外はまったく同様に作った。

【0032】次にセイカファーストエロー2400顔料分26%ブレスケーキ20部を実施例1の手順に従い、分散媒80部に分散した。これに上記分散剤エマルジョン3部を添加したのち、30分攪拌した処、黄色の易分散性顔料を得た。

#### 実施例10

セイカファーストレッド1548顔料34.4%ブレスケーキ(大日精化)15部を実施例9の手順に従い分散媒85部に分散した。これを実施例9と同様に処理した処、マゼンタ色の易分散性顔料を得た。

【0033】

【発明の効果】本発明により得られる易分散性粉末顔料は、顔料粉末の二次凝集による粗大化が生じることがなく、分散性にすぐれている。

#### 【手続補正書】

【提出日】平成4年8月25日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0004

【補正方法】変更

【補正内容】

【0004】一方、ブレスケーキ状態の顔料は、一次粒子に近い状態にあるが、油性インキに用いるにはフラッ

シング(含水染顔料中の水分を疎水性ビヒクルで置換)を行なう必要があり、使用ビヒクルで用途が限定されることから多品種となり、製品当りの生産量の少ない分野には適さない、という問題がある。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0012

【補正方法】変更

## 【補正内容】

【0012】分散させる顔料の量としては、分散媒100重量部に対して、5～30重量部が適当であり、さらに好ましくは5～15重量部である。

## 【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0014

【補正方法】変更

## 【補正内容】

【0014】エマルジョンは高分子分散剤のO/Wエマルジョンからなる。高分子分散剤としては、スルホン酸アミド系高分子分散剤、ハイドロステアリン酸系高分子分散剤、あるいは脂肪族アミン系、およびε-カプロラクトン系高分子分散剤などが好ましく用いられ得る。より具体的には、ソルスパス3000（ICI社製、スルホン酸アミド系高分子分散剤）、ソルスパス17000（ICI社製、ハイドロステアリン酸系高分子分散剤）、ソルスパス24000（ICI社製、ε-カプロラクトン系高分子分散剤）、12-ヒドロキシステアリン酸多量体、デュオミンTDO（ライオンアクゾ社製、牛脂ジアミンオレイン酸塩）が好ましく用いられ得る。これらは塩またはO/Wエマルジョンの形で分散液に添加する。その添加量は、顔料の表面を単分子膜で完全に被覆できる量であることが望ましい。具体的には、比表面積 $\text{m}^2$  当り1～10mgが好ましく、さらに好ましくは、比表面積 $\text{m}^2$  当り1～4mgである。フタロシアニン系、アゾ系の有機顔料を処理する際には、高分子分散剤の吸着を良くするためにフタロシアニン誘導体（ソルスパス5000）、ジスアゾイエロー中間体（ソルスパス22000）を併用することが好まし

い。分散液と高分子分散剤との接触は、マイクロフルイダイザー（みずほ工業社製）などの高衝撃、高剪断力の分散機、超音波分散機（超音波工業製）、（KADYミル「KINETIC Corp」）などを用いて行うこともできる。処理温度は室温でも加温状態でもよい。

## 【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0027

【補正方法】変更

## 【補正内容】

【0027】洗浄、乾燥を行ないシアニンブルーの粉末を得た。

実施例5

ZCA474・39％プレスケーキ13部、エマノーンCH-80 0.05部をアセトン87部にKADYミルで30分間、室温で分散させた。

## 【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0032

【補正方法】変更

## 【補正内容】

【0032】次にセイカファーストエロー2400顔料分26％プレスケーキ（大日精化）20部を実施例1の手順に従い、分散媒80部に分散した。これに上記分散剤エマルジョン3部を添加したのち、30分攪拌した処、黄色の易分散性顔料を得た。実施例10

セイカファーストレッド1548顔料34.4％プレスケーキ（大日精化）15部を実施例9の手順に従い分散媒85部に分散した。これを実施例9と同様に処理した処、マゼンタ色の易分散性顔料を得た。